

## 贴膜条件下飞秒激光诱导硅基表面锥状微结构\*

李保家 周明† 张伟

(江苏大学材料科学与工程学院, 光子制造科学技术中心江苏省重点实验室, 镇江 212013)

(2012年5月18日收到; 2012年6月25日收到修改稿)

利用波长为 800 nm 的飞秒脉冲激光, 对表面贴有聚对苯二甲酸乙二醇酯透明膜的单晶硅片进行扫描, 研究了不同激光制备参数对微结构形成的影响. 结果表明, 锥状微结构是否形成取决于激光能量密度, 能量密度太小时不能形成锥状结构, 能量密度太大时易破坏锥状突起; 而激光扫描速度可直接影响锥状微结构的质量, 扫描速度太小时也易破坏锥状结构突起, 扫描速度太大时, 由于作用深度太浅使得锥状结构轮廓不分明. 在此基础上对实验参数进行优化, 得到了较理想的锥状微结构. 最后通过分析指出, 贴膜条件下锥状微结构的形成是由激光烧蚀作用和氧化作用共同引起的, 且激光烧蚀作用占主导.

**关键词:** 飞秒激光, 硅, 锥状微结构, 聚对苯二甲酸乙二醇酯透明膜

**PACS:** 79.20.Eb, 61.72.uf, 68.37.-d

## 1 引言

近些年来, 由于微结构硅具有极高的光俘获能力、宽吸收光谱和高光电导增益等优异的光电特性, 其在太阳能电池材料方面潜在的应用价值已逐渐引起人们的关注<sup>[1]</sup>. 基于此, 人们对微结构硅制备技术的研究正在不断地深入, 尤其是在采用超短脉冲激光辐照制备具有锥状(或尖峰状)微结构的硅材料方面, 国内外许多研究小组已开展了一系列的研究<sup>[2-16]</sup>. 总结起来, 当前利用飞秒激光诱导硅基表面锥状微结构的方法主要有两种: 一种是 1998 年最早报道的由美国哈佛大学 Mazur 研究组提出并发展的“黑硅”制备方法, 即利用飞秒脉冲激光在 SF<sub>6</sub> 和 Cl<sub>2</sub> 气体环境下刻蚀硅, 原本是灰色有光泽的硅表面在刻蚀过的地方肉眼看去完全变成了黑色, 利用扫描电子显微镜观测发现, 其表面呈准规则排列的微米量级的尖锥状结构<sup>[2]</sup>, 其后他们及其他研究者将单晶硅片置于 SF<sub>6</sub>, Cl<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, SiH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, 空气等背景气体环境及真空环境中用飞秒激光辐照, 也在硅片表面形成了非常精细的尖

锥状纳米结构<sup>[3-12]</sup>; 另一种是通过飞秒激光辐照置于液体(如蒸馏水<sup>[13]</sup>、硫酸溶液<sup>[14]</sup>等)中的硅片制备硅基表面微纳结构的方法, 如门海宁等<sup>[14]</sup>采用近红外飞秒激光辐照浸泡在硫酸溶液中的 N 型单晶硅片, 辐照后硅表面出现直径为 5—8 μm, 高度为 15 μm 的钝锥状结构. 但是值得注意的是, 除了在空气中制备外, 这些微结构硅的制备方法由于需要特殊的气体环境或液体环境, 制备条件苛刻, 需要专门的真空靶室, 且工艺相对复杂, 特别是有的方法中引入了有毒有害气体(如 SF<sub>6</sub>, Cl<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S)或液体(如硫酸溶液), 易污染环境和造成危险. 本文在空气环境下, 采用波长为 800 nm 的飞秒脉冲激光对表面贴有聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)透明膜的单晶硅片进行扫描, 在其表面上诱导出了锥状微结构, 研究了不同激光制备参数对微结构形成的影响, 分析了微结构的形成机理.

## 2 实验方法

实验采用单面抛光(100)取向的单晶硅片. 首

\* 江苏省普通高校博士研究生科研创新计划(批准号: CX08B.053Z)、国家重点基础研究发展计划(批准号: 2011CB013004)、国家自然科学基金(批准号: 50975129)和江苏高校优势学科建设工程项目资助的课题.

† E-mail: zm\_laser@126.com

先将硅片切成  $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$  的小片, 再将其放入质量分数为 5% 的氢氟酸中浸泡 15 min, 取出后分别用去离子水、无水乙醇和丙酮超声清洗 10 min, 最后用氮气将硅片表面吹干, 并将其固定在三维移动样品台上, 样品台的移动可由计算机程序控制. 选用的 PET 透明膜厚度为 0.2 mm, 可见光透射率可达 97% 以上, 具有一定的耐热性 (可耐温  $120\text{ }^\circ\text{C}$ ), 室温下热导率约为  $0.24\text{ W/m}\cdot\text{K}^{-1}$ . 将 PET 透明膜按硅片大小剪成小片, 平贴在硅片表面.

实验采用的激光光源为飞秒再生/多级钛宝石放大器, 发射激光的中心波长为 800 nm, 脉冲宽度为 130 fs, 重复频率为 1 kHz, 最大单脉冲能量为 1 mJ. 入射激光经双振镜反射后, 通过焦距为 20 cm 的聚焦透镜后垂直入射到硅样品表面. 飞秒激光脉冲的空间强度分布为近高斯型, 辐照到样品上的光斑直径约为  $160\text{ }\mu\text{m}$ . 实验中依次制备了三组硅样品: 第一组选用  $200\text{ }\mu\text{m/s}$  的扫描速度  $v$ , 不同的能量密度  $F$  ( $0.5\text{ J/cm}^2$ ,  $1.5\text{ J/cm}^2$ ,  $2.5\text{ J/cm}^2$ ); 第二组采用  $1.5\text{ J/cm}^2$  的能量密度  $F$ , 不同的扫描速度  $v$  ( $300\text{ }\mu\text{m/s}$ ,  $500\text{ }\mu\text{m/s}$ ,  $700\text{ }\mu\text{m/s}$ ); 第三组采用  $500\text{ }\mu\text{m/s}$  的扫描速度  $v$ ,  $0.5\text{ J/cm}^2$  和  $1.0\text{ J/cm}^2$  的能量密度  $F$  下分别累积扫描 1 次和 2 次. 制备的样品通过扫描电子显微镜 (SEM) 进行分析.

### 3 实验结果与分析

#### 3.1 改变能量密度的情况

图 1 为 800 nm 飞秒脉冲激光在  $200\text{ }\mu\text{m/s}$  的扫描速度下, 分别采用不同的能量密度在空气中

诱导贴有 PET 透明膜的单晶硅表面的形貌. 可以看出, 当激光能量密度较小 ( $0.5\text{ J/cm}^2$ ) 时硅表面已变得比较粗糙, 锥状微结构还未形成, 主要为不甚明显的条形结构和颗粒状结构相间, 尺度较小, 约为  $0.5\text{—}1\text{ }\mu\text{m}$  (图 1(a)). 激光能量密度达到  $1.5\text{ J/cm}^2$  时, 锥状微结构已形成, 但微结构的尺度不够均匀 (锥底尺寸分布在  $1\text{—}5\text{ }\mu\text{m}$  范围), 且有较少部分的锥状突起被削平 (图 1(b)). 继续增大激光能量密度至  $2.5\text{ J/cm}^2$  时, 形成的锥状微结构更加明显 (在锥状突起的侧壁有环形梯田状结构), 尺度也更大 (锥底尺寸均大于  $5\text{ }\mu\text{m}$ ), 但大部分的锥状突起顶端被严重破坏 (图 1(c)).

由此可见, 锥状微结构的形成与激光能量密度的大小密切相关, 激光能量密度太小时不能形成锥状结构, 激光能量密度太大时形成的锥状结构顶部容易被破坏. 因此为了获得更优化的锥状微结构, 应选用适中的能量密度.

#### 3.2 改变扫描速度的情况

激光以一定的速度扫描时, 每个激光作用点的脉冲数  $N$  可按下式计算:

$$N = \frac{D \times \gamma}{v}, \quad (1)$$

其中  $D$  为激光作用于样品上的光斑直径,  $\gamma$  为激光的重复频率,  $v$  为激光扫描速度. 可见激光扫描速度越慢, 每个激光作用点的脉冲数越多, 这可能也是 3.1 节中采用  $1.5\text{ J/cm}^2$  的能量密度时少数锥状突起顶部被削平的原因. 因此在 3.1 节讨论的基础上, 进一步探讨激光扫描速度变化对得到的微结构形貌的影响.

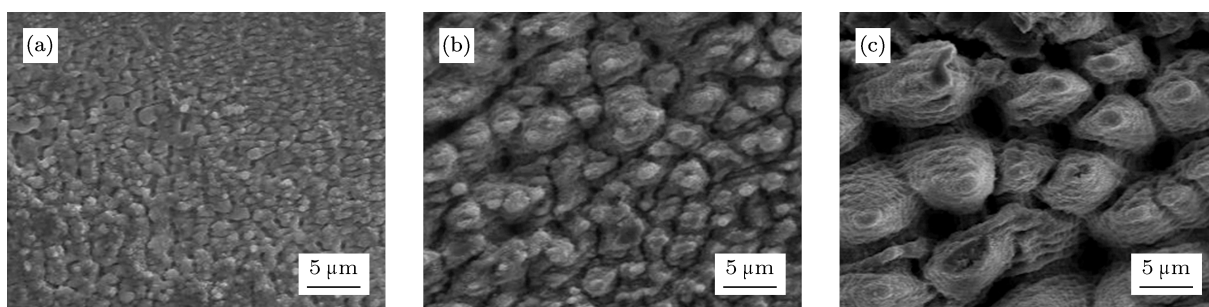


图 1 空气环境中不同能量密度  $F$  的飞秒脉冲激光 (130 fs, 800 nm) 诱导贴有 PET 透明膜的单晶硅表面的形貌 ( $v = 200\text{ }\mu\text{m/s}$ ) (a)  $F = 0.5\text{ J/cm}^2$ ; (b)  $F = 1.5\text{ J/cm}^2$ ; (c)  $F = 2.5\text{ J/cm}^2$

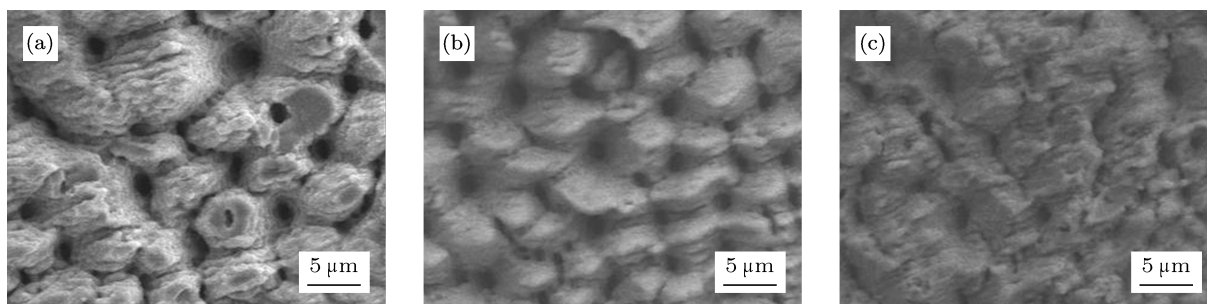


图2 空气环境中不同扫描速度  $v$  的飞秒脉冲激光 (130 fs, 800 nm) 诱导贴有 PET 透明膜的单晶硅表面的形貌 ( $F = 1.5 \text{ J/cm}^2$ )  
(a)  $v = 300 \text{ } \mu\text{m/s}$ ; (b)  $v = 500 \text{ } \mu\text{m/s}$ ; (c)  $v = 700 \text{ } \mu\text{m/s}$

图2为800 nm飞秒脉冲激光在  $1.5 \text{ J/cm}^2$  的能量密度下,分别采用不同的扫描速度在空气中诱导贴有PET透明膜的单晶硅表面的形貌。采用较小的扫描速度 ( $300 \text{ } \mu\text{m/s}$ ) 时硅表面的锥状微结构轮廓分明,锥状突起侧壁上有明显的梯田状结构,但仍有少部分突起顶端被削平(图2(a))。扫描速度为  $500 \text{ } \mu\text{m/s}$  时,锥状突起结构比较完整,呈锥度较小的钝锥状,突起侧壁上的梯田状结构较少(图2(b))。扫描速度进一步增大为  $700 \text{ } \mu\text{m/s}$  时,形成的锥状微结构开始变得不明显,局部区域看不到锥状突起(图2(c))。不同的扫描速度下得到的微结构的尺度相近且相对均匀,约为  $3\text{--}5 \text{ } \mu\text{m}$ 。

以上结果表明,激光扫描速度在一定程度上能直接影响锥状微结构的质量,扫描速度太小时锥状结构的完整性得不到保证,扫描速度太大时由于每个点作用的脉冲数少,作用深度太浅,形成的锥状结构轮廓不分明,甚至得不到较好的锥状突起,因此对扫描速度的选择也应当适中。

### 3.3 贴膜条件下锥状微结构制备参数的优化

通过以上分析,最终选用  $500 \text{ } \mu\text{m/s}$  的扫描速度、 $0.5 \text{ J/cm}^2$  或  $1.0 \text{ J/cm}^2$  的能量密度来实现贴膜条件下更优化的锥状微结构的制备。为了保证在较低能量密度下能够形成锥状结构,设定激光扫描次数为2次,即增加1次脉冲作用次数(相当于增加一倍的脉冲作用数,每点作用脉冲数为640),并与激光扫描1次(每点作用脉冲数为320)的结果进行对比,如图3所示( $45^\circ$  观测)。

当采用  $0.5 \text{ J/cm}^2$  的能量密度扫描1次时,硅表面出现波纹状结构,并伴有部分沟槽状结构,还有较大部分区域没有明显结构变化(图3(a));扫描2

次时,波纹状结构变少,沟槽状结构增多,已出现一些锥状小突起,只有很小的部分没有出现结构变化(图3(b))。当采用  $1.0 \text{ J/cm}^2$  的能量密度扫描1次时,硅表面主要为沟槽状结构和锥状小突起,所有区域均有明显结构变化(图3(c));扫描2次时,整个激光作用区域出现了比较规则的锥状突起结构,排列非常密集,高度约为  $2\text{--}8 \text{ } \mu\text{m}$ ,底部宽度约为  $3\text{--}6 \text{ } \mu\text{m}$ (图3(d))。可见要获得比较理想的锥状结构,要综合考虑激光能量密度、扫描速度以及扫描次数等制备参数。

### 3.4 PET膜层的形貌变化及其影响

图4是采用不同能量密度的飞秒激光诱导贴有PET透明膜的单晶硅表面后,PET膜层表面的形貌(激光扫描速度为  $500 \text{ } \mu\text{m/s}$ )。在  $0.5 \text{ J/cm}^2$  的较低能量密度下,PET膜层与激光作用前相比几乎没有变化(图4(a));而  $1.0 \text{ J/cm}^2$  的较低能量密度下PET膜层表面的变化仍然很小,只有极少激光脉冲微弱作用留下的点状痕迹(图4(b));激光能量密度增大到  $1.5 \text{ J/cm}^2$  时,PET膜层表面开始出现分布不均匀的空泡状突起,大部分直径为  $10\text{--}50 \text{ } \mu\text{m}$ ,极少数直径达到  $100 \text{ } \mu\text{m}$  左右(图4(c));当激光能量密度达到  $2.5 \text{ J/cm}^2$  时,原来形成的空泡状突起破裂,在PET膜层表面留下  $10\text{--}50 \text{ } \mu\text{m}$  的孔洞,部分已穿透(图4(d))。

可见,在较低的能量密度下,激光作用基本上未对PET膜层表面造成影响,PET膜层总体上是为硅基锥状微结构的形成提供特殊的环境;而在  $1.5 \text{ J/cm}^2$  的中等能量密度下形成的空泡状突起因吸收了部分激光能量,可一定程度上降低激光对硅表面作用的强度,因此可形成比较完整的锥状突起结构,但其分布也和空泡状突起的分布一样不均

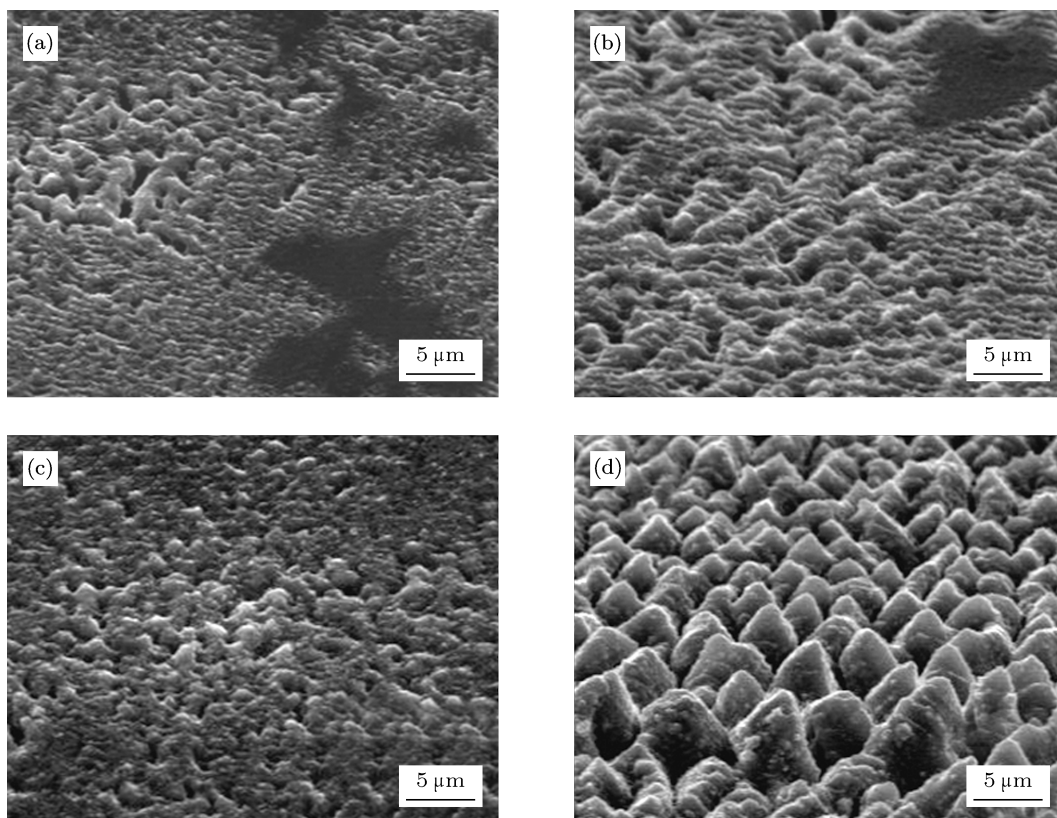


图3 空气中不同制备参数时,飞秒脉冲激光(130 fs, 800 nm)诱导贴有PET透明膜的单晶硅表面的形貌( $v = 500 \mu\text{m/s}$ ) (a)  $F = 0.5 \text{ J/cm}^2$  扫描1次; (b)  $F = 0.5 \text{ J/cm}^2$  扫描2次; (c)  $F = 1.0 \text{ J/cm}^2$  扫描1次; (d)  $F = 1.0 \text{ J/cm}^2$  扫描2次

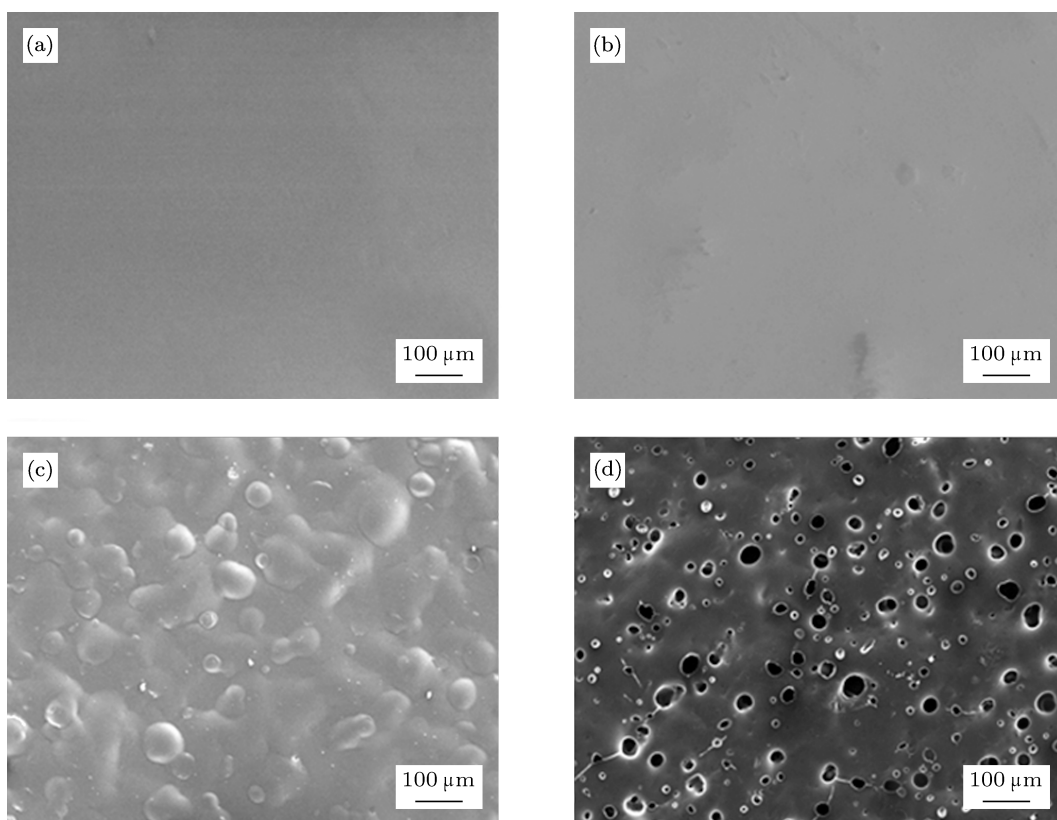


图4 不同能量密度的飞秒脉冲激光(130 fs, 800 nm)作用下PET膜层表面的形貌( $v = 500 \mu\text{m/s}$ ) (a)  $F = 0.5 \text{ J/cm}^2$ ; (b)  $F = 1.0 \text{ J/cm}^2$ ; (c)  $F = 1.5 \text{ J/cm}^2$ ; (d)  $F = 2.5 \text{ J/cm}^2$



匀(如图 2(b) 所示); 在  $2.5 \text{ J/cm}^2$  的较高能量密度下, PET 膜层同样会吸收激光能量而形成部分穿透的孔洞, 硅表面所处特殊环境被破坏, 后续作用的激光脉冲会造成锥状突起结构顶端被严重破坏, 只不过因为扫描速度 ( $500 \text{ }\mu\text{m/s}$ ) 较大, 其破坏程度比图 1(c) 所示 ( $200 \text{ }\mu\text{m/s}$ ) 的情况要小一些.

### 3.5 贴膜条件下锥状微结构形成机理分析

研究表明, 激光与硅材料在空气中的主要作用机理为氧化, 在真空中的主要作用机制为激光烧蚀<sup>[12]</sup>. 激光烧蚀作用的本质是: 飞秒激光脉冲宽度远小于硅晶格中电子声子相互作用达到平衡的时间 ( $10^{-13} \text{ s}$  量级), 硅固态的晶格与激发态的电子之间来不及建立起热平衡<sup>[17,18]</sup>, 导致硅表面瞬间吸收的激光能量无法传递到硅体内, 大量能量积聚在硅表面诱发超快速固体——等离子体转化而产生等离子体<sup>[19]</sup>, 并与周围环境物质相互作用, 带走大量能量的同时带走大量表面层物质. 氧化作用的本质是: 飞秒激光对硅表面作用的过程中会产生超快熔化<sup>[20,21]</sup>, 导致作用区域温度升高, 使硅表面熔化, 在激光烧蚀所产生的等离子体作用下, 空气中的  $\text{O}_2$  与熔融硅发生反应, 生成可挥发的  $\text{SiO}_2$  或  $\text{SiO}_x$  ( $x < 2$ ) 等物质<sup>[22,23]</sup>. 当硅表面贴有 PET 透明膜时, 我们认为锥状微结构的形成则是由激光烧蚀作用和氧化作用共同引起的, 且激光烧蚀作用占主导. 由于 PET 透明膜具有一定的密封作用, 使得硅样品表面处于半封闭状态 (介于空气环境和真空环境的状态), 一方面在激光脉冲作用下硅表面产生等离子体, 但由于 PET 透明膜的约束作用, 促使硅表面形成了等离子体高压氛围, 其携带的能量不仅不能很快散失, 而且会在高压氛围下继续作用于硅表面, 增加了激光烧蚀作用的强度, 提高了由激光烧蚀作用造成的硅去除率, 这正是实验中采用较低的能量密度和较少的作用脉冲数即可得到优化的锥状微结构的原因; 另一方面 PET 透明膜的密封作用降低了短时间内发生氧化作用所需要的氧量, 氧化作用被削弱, 由氧化作用造成的硅去除率减少, 且 PET 透明膜的存在会阻碍  $\text{SiO}_2$  或  $\text{SiO}_x$  ( $x < 2$ ) 等物质的挥发, 未经挥发去除的残余氧化物沉积在硅表面上, 也一定程度降低了硅的去除率, 图 5 所示的 EDS 能谱显示硅样品表面有很少量的 O 元

素存在即证实了这一点, 而图 5 中还显示存在着少量 C 元素, 则可能是由于激光脉冲作用下 PET 透明膜裂解产生的碳元素渗透到硅表面或 PET 透明膜被部分熔化并沉积到硅表面而造成的. 此外, PET 透明膜的热导率 (约为  $0.24 \text{ W/m}\cdot\text{K}^{-1}$ ) 比空气的热导率 (约为  $0.01\text{—}0.04 \text{ W/m}\cdot\text{K}^{-1}$ ) 要大得多, 因此贴膜状态下的熔融硅与空气环境下相比固化得更快、寿命更短, 熔融硅与空气中的  $\text{O}_2$  发生氧化反应的时间更短, 因此氧化作用的效果不如单纯的空气环境中明显.

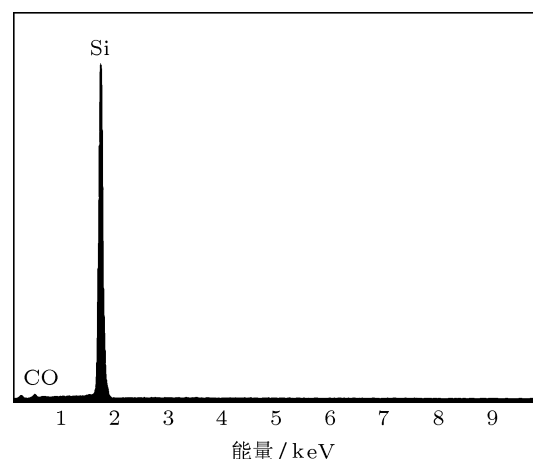


图 5 对应图 3(d) 微结构硅样品表面的 EDS 能谱图

为了进一步证实激光烧蚀作用的主导地位, 将以上结果与硅处于空气中和真空中获得的结果进行了对比, 如图 6 所示 ( $45^\circ$  观测). 图 6(a) 为能量密度  $1.0 \text{ J/cm}^2$  的飞秒激光作用于空气中的硅表面得到的锥状结构. 与图 3(d) 比较可以发现, 空气中形成的锥状结构具有比贴 PET 膜条件下更粗糙的表面, 表面有相对更多的粒状物, 这些粒状物是由氧化作用生成的硅的氧化物沉积而形成的, 说明在空气中激光脉冲引起的氧化作用比贴 PET 膜条件下强. 图 6(b) 所示的 EDS 能谱图中显示出较高的 O 峰 (与图 5 相比), 也表明空气中制备的硅样品表面氧化作用更明显. 图 6(c) 为能量密度  $1.0 \text{ J/cm}^2$  的飞秒激光作用于真空中 ( $2 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ ) 的硅表面得到的锥状结构, 与图 3(d) 比较可以发现, 真空中形成的锥状结构表面非常光滑, 几乎没有氧化作用形成的硅氧化物沉积, 且锥状突起比贴 PET 膜条件下的更大更钝. 图 6(d) 的 EDS 能谱图也只显示出 Si 峰, 无 O 元素出现, 说明真空中锥状结构是由激光烧蚀作用形成的, 未发生氧化作用.

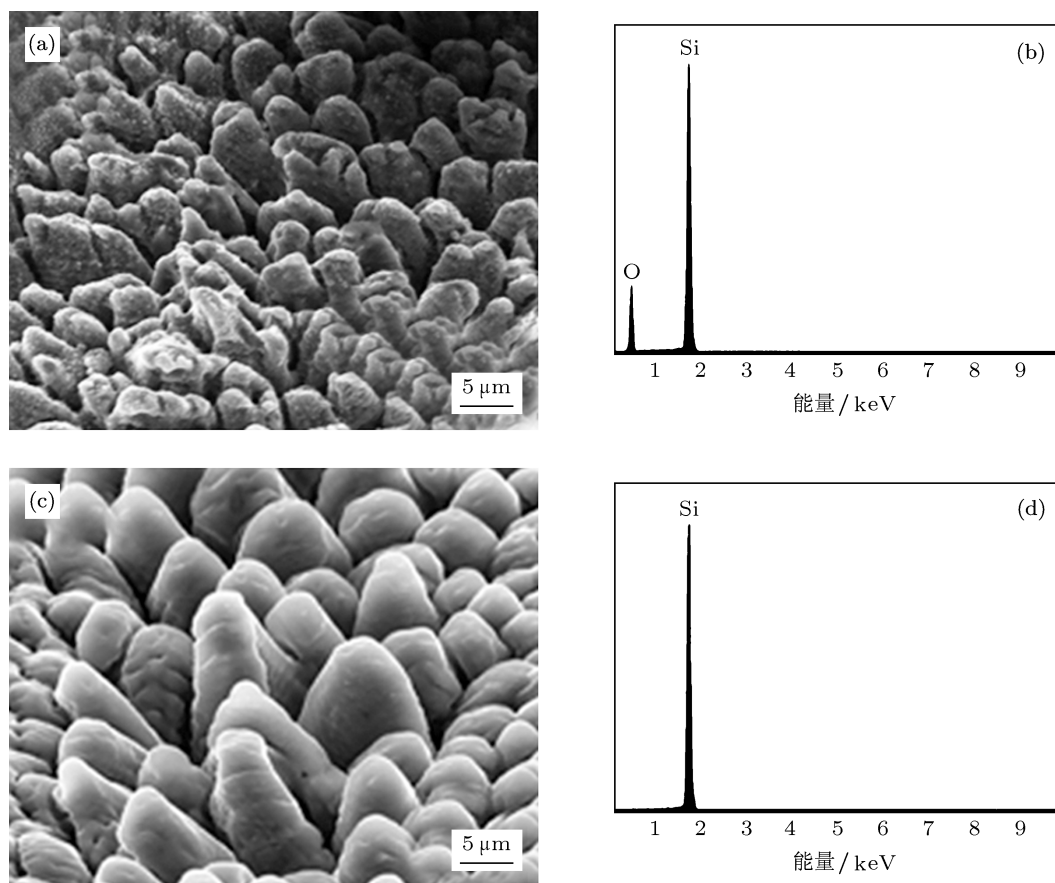


图6 空气中 (a), (b) 和真空中 (c), (d) 飞秒激光诱导的硅基表面锥状微结构 SEM 图和 EDS 能谱图

综上所述, 在贴 PET 透明膜条件下, 硅表面锥状微结构的形成是由激光烧蚀作用和氧化作用共同引起的, 但由于 PET 透明膜带来的综合作用效果, 氧化作用程度被大大削弱, 激光烧蚀作用得到增强, 因此激光烧蚀作用占主导.

已有的理论指出, 当入射激光强度较弱时, 激光与材料作用的主要物理机理为库仑爆炸, 材料的去除靠静电场效应, 去除程度较弱, 去除深度较浅且去除表面光滑; 而当入射激光强度较高时, 激光与材料作用的主要物理机理为热熔化, 材料的去除通过剧烈的烧蚀过程实现, 去除深度较大且表面粗糙 (烧蚀产生的熔化物冷却后沉积在材料表面上)<sup>[24,25]</sup>. 我们采用的飞秒激光脉冲的空间强度分布为近高斯型, 依此理论, 中心高光强部分的作用过程以热熔化为主, 可将主要由激光烧蚀作用产生的硅表面层物质去除, 硅去除率大, 形成了锥状突起之间的凹陷间隙; 而边缘低光强部分的作用过程则以库仑爆炸为主, 通过静电场效应将氧化作用产

生的表面可挥发性氧化物去除, 硅去除率小, 是造成锥状突起具有一定锥度的根本原因.

## 4 结论

通过上述实验研究和理论分析发现, 在空气环境下, 飞秒激光参数对贴 PET 透明膜硅表面锥状微结构的形成和质量有重要的影响, 激光能量密度大有利于锥状微结构的形成, 但太大时会造成锥状突起的破坏, 激光扫描速度小有利于形成轮廓分明的锥状微结构, 但太小也会破坏锥状结构的完整性. 以此为依据对实验参数进行优化, 最终在  $1.0 \text{ J/cm}^2$  的能量密度、 $500 \text{ } \mu\text{m/s}$  的扫描速度下扫描 2 次, 得到了比较理想的锥状微结构. 分析认为, 贴 PET 透明膜条件下硅表面锥状微结构的形成是由激光烧蚀作用和氧化作用共同引起的, 且激光烧蚀作用占主导.

- [1] Yuan H, Yost V E, Page M R, Stradins P, Meier D L, Branz H M 2009 *Appl. Phys. Lett.* **95** 123501
- [2] Her T H, Finlay R J, Wu C, Deliwala S, Mazur E 1998 *Appl. Phys. Lett.* **73** 1673
- [3] Her T H, Finlay R J, Wu C, Mazur E 2000 *Appl. Phys. A* **70** 383
- [4] Lowndes D H, Fowlkes J D, Pedraza A J 2000 *Appl. Surf. Sci.* **154–155** 647
- [5] Younkin R, Carey J E, Mazur E, Levinson J A, Friend C M 2003 *J. Appl. Phys.* **93** 2626
- [6] Crouch C H, Carey J E, Warrender J M, Aziz M J, Mazur E, Génin F Y 2004 *Appl. Phys. Lett.* **84** 1850
- [7] Crouch C H, Carey J E, Shen M Y, Mazur E, Génin F Y 2004 *Appl. Phys. A* **79** 1635
- [8] Carey J E 2004 *Ph. D. Dissertation* (Harvard University) pp40–49
- [9] Sheehy M A, Winston L, Carey J E, Friend C M, Mazur E 2005 *Chem. Mater.* **17** 3582
- [10] Tull B R, Carey J E, Mazur E, McDonald J P, Yalisove S M 2006 *MRS Bulletin* **31** 626
- [11] Li P, Wang Y, Feng G J, Zheng C D, Zhao L, Zhu J T 2006 *Chinese Journal of Lasers* **33** 1688 (in Chinese) [李平, 王煜, 冯国进, 郑春弟, 赵利, 朱京涛 2006 中国激光 **33** 1688]
- [12] Yuan C H, Li X H, Tang D C, Yang H D, Li G Q 2010 *High Power Laser and Particle Beams* **22** 2749 (in Chinese) [袁春华, 李晓红, 唐多昌, 杨宏道, 李国强 2010 强激光与粒子束 **22** 2749]
- [13] Shen M Y, Crouch C H, Carey J E, Mazur E 2004 *Appl. Phys. Lett.* **85** 5694
- [14] Men H N, Cheng G H, Sun C D 2006 *High Power Laser and Particle Beams* **18** 1081 (in Chinese) [门海宁, 程光华, 孙传东 2006 强激光与粒子束 **18** 1081]
- [15] Yuan C H, Li X H, Tang D C, Yang H D, Li G Q 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 7015 (in Chinese) [袁春华, 李晓红, 唐多昌, 杨宏道, 李国强 2010 物理学报 **59** 7015]
- [16] Yang H D, Li X H, Li G Q, Yuan C H, Tang D C, Xu Q, Qiu R, Wang J B 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 027901 (in Chinese) [杨宏道, 李晓红, 李国强, 袁春华, 唐多昌, 徐琴, 邱荣, 王俊波 2011 物理学报 **60** 027901]
- [17] Goldman J R, Prybyla J A 1994 *Phys. Rev. Lett.* **72** 1364
- [18] Gao X, Song X W, Guo K M, Tao H Y, Lin J Q 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 025203 (in Chinese) [高勋, 宋晓伟, 郭凯敏, 陶海岩, 林景全 2011 物理学报 **60** 025203]
- [19] Linde D V, Tinten K S, Bialkowski J 1997 *Appl. Surf. Sci.* **109–110** 1
- [20] Shank C V, Yen R, Hirlimann C 1983 *Phys. Rev. Lett.* **50** 454
- [21] Shank C V, Yen R, Hirlimann C 1983 *Phys. Rev. Lett.* **51** 900
- [22] Seel M, Bagus P S 1983 *Phys. Rev. B* **28** 2023
- [23] Wu C, Crouch C H, Zhao L, Mazur E 2002 *Appl. Phys. Lett.* **81** 1999
- [24] Stoian R, Ashkenasi D, Rosenfeld A, Campbell E E B 2000 *Phys. Rev. B* **62** 13167
- [25] Wang R, Yang J J, Liang C Y, Wang H S, Han W, Yang Y 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 5429 (in Chinese) [王锐, 杨建军, 梁春永, 王洪水, 韩伟, 杨阳 2009 物理学报 **58** 5429]

# Femtosecond laser induced silicon surface cone microstructures by covering transparent films\*

Li Bao-Jia Zhou Ming<sup>†</sup> Zhang Wei

(School of Materials Science and Engineering, Jiangsu Provincial Key Laboratory of Center for Photon Manufacturing Science and Technology, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, China)

(Received 18 May 2012; revised manuscript received 25 June 2012)

## Abstract

We investigate the effect of preparation parameters on the formation of microstructures created on a single crystal silicon wafer covered with a polyethylene terephthalate (PET) transparent film by femtosecond pulse laser with a central wavelength of 800 nm. The results reveal that formation of the cone microstructures depends on laser fluence, and the cone microstructures cannot be created by lower laser fluence or can be destroyed by higher laser fluence. The laser scanning speed can directly affect the quality of the cone microstructures, and lower speed will destroy the cone, while higher speed will create indistinct cone microstructures each with smaller depth. Some idealized structures are obtained by optimizing the experimental parameters. Finally, we find that the cone microstructures on silicon wafer covered with a film are caused by both laser ablation and oxidation, and laser ablation plays a major role.

**Keywords:** femtosecond laser, silicon, cone microstructures, PET transparent films

**PACS:** 79.20.Eb, 61.72.uf, 68.37.-d

---

\* Project supported by Jiangsu Province Research Innovation Program of College Graduate, China (Grant No. CX08B.053Z), the National Basic Research Program of China (Grant No. 2011CB013004), the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 50975129) and A Project Funded by the Priority Academic Program Development of Jiangsu Higher Education Institutions, China.

<sup>†</sup> E-mail: zm.laser@126.com